

ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ
ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΑΘΗΝΑ 21 ΙΑΝΟΥΑΡΙΟΥ 1992	ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ	ΑΡΙΘΜΟΣ ΦΥΛΛΟΥ 27

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ ΚΑΙ ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 839/91 (1)

Έγκριση τροποποίησης και συμπλήρωσης της 1443/89 (ΦΕΚ 564/τ.Β'/90) απόφασης του ΑΧΣ σε εναρμόνιση προς την Οδηγία 89/519/ΕΟΚ/1.8.89 που αφορά στις μεθόδους δειγματοληψίας και αναλύσεως των λιπασμάτων.

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ
(Συνεδρίαση 9.7.91)

Έχοντας υπόψη:

1. Το έγγραφο του Γενικού Χημείου του Κράτους αριθ. 3014824/1439/89.

2. Τις διατάξεις του άρθρου 1 παρ. 1 και 3 του Ν. 1338/1983 «Εφαρμογή του κοινοτικού δικαίου» (ΦΕΚ 34/τ.Α'/17.3.1983) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 Ν. 1440/1984 «Συμμετοχή της Ελλάδος στο Κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπ. Κοινότητος Άνθρακος και Χάλυβος και του Οργανισμού Εφοδιασμού ΕΥΡΑΤΟΜ» (ΦΕΚ 70/Τ.Α'/21.5.1984) και από το άρθρο 65 του Ν.1892/90 (ΦΕΚ 101/τ.Α')1990).

3. Το εδάδιο δ της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 «περί συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους, όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τον Α.Ν. 754/1937 (άρ. 3 παρ. 2 και 3) ΦΕΚ 247/τ.Α'/1937.

4. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «περί κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (ΦΕΚ 391/τ.Α'/31.10.1929).

5. Το Νόμο 115/1975 «περί τροποποιήσεως διατάξεων τινων του Ν. 4328/1929 (ΦΕΚ 172/τ.Α'/20.8.1975).

6. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας της Κυβέρνησης και Οικονομικών για αναμόρφωση συλλογικών οργάνων Γνωμοδοτικής και Αποφασιστικής αρμοδιότητας του Υπουργείου Οικονομικών αρ. 0.208/181, ΦΕΚ 214/82 τ.Β').

7. Την υπ' αριθ. Υ1489/23.8.91 κοινή απόφαση Πρωθυπουργού και Υπουργού Οικονομικών περί καθορισμού αρμοδιοτήτων (ΦΕΚ 692/τ.Β'/1991), αποφασίζουμε:

Εγκρίνουμε την τροποποίηση και συμπλήρωση της 1443/89 (ΦΕΚ 564/τ.Β'/90) απόφασης του ΑΧΣ σε εναρμόνιση προς την Οδηγία 89/519/ΕΟΚ (L 265/1989) ως εξής:

1. Η πρώτη παράγραφος των γενικών παρατηρήσεων του παραρτήματος II της 1443/89 απόφασης του ΑΧΣ υπό τον τίτλο «Υλικό εργαστηρίου» αντικαθίσταται ως εξής: «Λαμβάνοντας υπόψη το συνήθη εξοπλισμό των εργαστηρίων ελέγχου, τα εργαστηριακά σκεύη και όργανα που περιγράφονται στις μεθόδους ανάλυσης περιορίζονται στα ειδικά όργανα και συσκευές ή σε εκείνα που επιβάλλουν ειδικές απαιτήσεις. Το υλικό αυτό θα πρέπει να είναι απόλυτα καθαρό, ιδίως όταν χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό μικρών ποσοτήτων. Στην περίπτωση των βαθμολογημένων γυάλινων σκευών, το εργαστήριο θα πρέπει να εξακριβώνει την ακρίβεια τους σε σχέση με τα πρότυπα».

2. Μετά την δεύτερη παράγραφο των γενικών παρατηρήσεων του παραρτήματος II της 1443/89 απόφασης του ΑΧΣ, προστίθεται τρίτη παράγραφος υπό τον τίτλο «Νερό» και με το παρακάτω περιεχόμενο.

«Οι εργασίες διαλυτοποίησης, αραίωσης, έκπλυσης ή πλύσης, που περιγράφονται στις μεθόδους ανάλυσης χωρίς να διευκρινίζεται η φύση του διαλύτη ή του μέσου αραίωσης, νοούνται με τη χρήση νερού.

Το νερό θα πρέπει κατά κανόνα να είναι απιονισμένο ή απεσταγμένο. Σε ειδικές περιπτώσεις, που αναφέρονται στη μέθοδο ανάλυσης, το νερό πρέπει να υποβάλλεται σε ιδιαίτερες διαδικασίες καθαρισμού».

3. Μετά την προσθήκη της τρίτης παραγράφου στις γενικές παρατηρήσεις του παραρτήματος II της 1443/89 απόφασης του ΑΧΣ, προστίθεται τέταρτη παράγραφος υπό τον τίτλο «Αντιδραστήρια» και με το παρακάτω περιεχόμενο.

«Όλα τα αντιδραστήρια θα πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας (Ρ.α), εκτός αν η μέθοδος ανάλυσης περιλαμβάνει αντίθετες διατάξεις.

Για την ανάλυση ιχνοστοιχείων, η καθαρότητα των αντιδραστηρίων θα πρέπει να ελέγχεται με τυφλό προσδιορισμό. Ανάλογα με το λαμβανόμενο αποτέλεσμα, μπορεί να απαιτηθεί συμπληρωματικός καθαρισμός».

4. Οι μέθοδοι 5.1 έως 5.4 που αναφέρονται στο παράρτημα II της 1443/89 απόφασης του ΑΧΣ διαγράφονται.

5. Στο τέλος του παραρτήματος II, της 1443/89 απόφασης του ΑΧΣ, προστίθενται οι μέθοδοι 8.1 έως 8.10 υπό τον τίτλο «Μέθοδοι 8 ΔΕΥΤΕΡΕΥΟΝΤΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ» και οι οποίες περιλαμβάνουν τα αναφερόμενα στο συνημμένο Παράρτημα II, το οποίο προσαρτάται και αποτελεί αναπόσπαστο μέρος της παρούσας, έχει δε ως ακολούθως:

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

Μέθοδοι 8

ΔΕΥΤΕΡΕΥΟΝΤΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ

Μέθοδος 8.1.

Εκχύλιση του ολικού ασβεστίου, του ολικού μαγνησίου του ολικού νατρίου και του ολικού θείου σε μορφή θειικών ιόντων.

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση του ολικού ασβεστίου, του ολικού μαγνησίου, του ολικού νατρίου καθώς και για την εκχύλιση του ολικού θείου που απαντά με τη μορφή θειικών ιόντων, με τρόπο ώστε να γίνεται, κατά το δυνατόν, μια μόνον εκχύλιση προκειμένου να προσδιοριστεί το καθένα απο τα στοιχεία αυτά.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ του Συμβουλίου, πρέπει να δηλώνεται το ολικό ασβέστιο, το ολικό μαγνήσιο, το ολικό νάτριο και το ολικό θείο σε μορφή θειικών ιόντων.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Διαλυτοποίηση σε αραιό υδροχλωρικό οξύ, που έχει θερμανθεί μέχρι βρασμού.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα 1,18) και 1 όγκος νερού.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλ. μέθοδο αριθ. 1 της οδηγίας 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής της 22ας Ιουνίου 1977.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα δοκιμής

Το ασβέστιο, το μαγνήσιο και το νάτριο καθώς και το θείο των θειικών ιόντων προσδιορίζονται σε δείγμα δοκιμής 5g, που ζυγίζεται με ακρίβεια 1 mg.

Όταν ωστόσο το λίπασμα περιέχει περισσότερο από 15% θείου (S), δηλαδή 37,5% SO_3 και περισσότερο από 18,8% ασβεστίου (Ca), δηλαδή 26,3% CaO, η εκχύλιση του ασβεστίου και του θείου επιτελείται σε δείγμα δοκιμής 1g, που ζυγίζεται με ακρίβεια 1mg.

Τα δείγματα δοκιμής φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

7.2. Διαλυτοποίηση

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού και 50 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1), κατά μικρές δόσεις και με προσοχή, αν το προϊόν εμπεριέχει σημαντική ποσότητα ανθρακικών αλάτων. Το μίγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 30 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ κατά διαστήματα ανακινείται.

Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Αν το διήθημα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

Μέθοδος 8.2.

Εχύλιση του ολικού θείου που απαντά με διάφορες μορφές

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εχχύλιση του ολικού θείου, όταν το στοιχείο αυτό περιέχεται στο λίπασμα με στοιχειακή μορφή ή/και με διάφορες μορφές.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ, πρέπει να δηλώνεται το ολικό θείο, όταν το στοιχείο αυτό απαντά με διάφορες μορφές (στοιχειακό, θειοθειικά ιόντα, θειώδη ιόντα, θειικά ιόντα).

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετατροπή, σε πυκνό αλκαλικό περιβάλλον, του στοιχειακού θείου σε πολυθειούχα και θειοθειικά ιόντα, ακολουθούμενη από οξείδωση των ιόντων αυτών καθώς και των θειωδών ιόντων, που ενδεχομένως περιέχονται στο δείγμα, με υπεροξείδιο του υδρογόνου. Με τον τρόπο αυτό οι διάφορες μορφές θείου γίνονται θειικά ιόντα, που προσδιορίζονται ποσοτικά με καταβύθιση θειικού βαρίου (μέθοδος 8.9).

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1. όγκος υδροχλωρικού οξέος (d:1, 18) και όγκος νερού.

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου συγκεντρώσεις τουλάχιστον 30% (πυκνότητα 1,33).

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου συγκεντρώσεως 30% κατά βάρος.

4.4. Χλωριούχο βάριο $BaCl_2.2H_2O$, υδατικό διάλυμα συγκεντρώσεως 122 g/l.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλ μέθοδο αριθ. 1 της οδηγίας 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής της 22ας Ιουνίου 1977.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα δοκιμής

Ζυγίζεται, με ακρίβεια 1 mg, ποσότητα λιπάσματος ώστε να περιέχει από 80 έως 350 mg θείου (S), δηλαδή 200 έως 875 mg SO_3.

Στη γενική περίπτωση (S< 15%), ζυγίζοναι 2,500 ml.

το δείγμα δοκιμής φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml.

7.2. Οξείδωση

Προστίθενται 20 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2) και 20 ml νερού. Το σύνολο καλύπτεται με γυαλί ρολογιού. Θερμαίνεται μέχρι βρασμού για 5 λεπτά στη θερμαντική εστία (5.1). Αποσύρεται από την εστία. Το θείο που έχει προσκολληθεί στα τοιχώματα του ποτηρίου ζέσεως περισυλλέγεται με πίδακα βραστού νερού και το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για 20 λεπτά. Αφήνεται να ψυχθεί. Προστίθεται υπεροξείδιο του υδρογόνου (4.3) σε ποσότητες των 2 ml κάθε φορά, μέχρι να μην παρατηρείται πια αντίδραση. Απαιτούνται συνήθως 6 έως 8 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου. Η οξείδωση αφήνεται να συνεχιστεί εν ψυχρώ για 1 ώρα. Στη συνέχεια το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί.

7.3. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Περίπου 50 ml νερού προστίθενται σε 50 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέως (4.1)

- Για δείγματα περιεχτικότητας θείου < 5%S:

Το διάλυμα διηθείται ποσοτικά σε ποτήρι ζέσεως 600 ml. Το στερεό υπόλειμμα ξεπλένεται πολλές φορές με νερό. Προ της περάτωσης της έκπλυσης ελέγχονται μερικές σταγόνες του διηθήματος με διάλυμα χλωριούχου βαρίου (4.4) για την ύπαρξη θειικών ιόντων. Το διάλυμα, πρέπει να παραμένει διαυγές. Ο προσδιορισμός των θειικών ιόντων πραγματοποιείται σε ολόκληρη την ποσότητα του διηθήματος κατά τη μέθοδο 8.9.

- Για δείγματα με περιεχτικότητα θείου ≥ 5% S:

Το δείγμα φέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, πληρούται μέχρι της χαραγής με νερό και αναδεύεται. Διηθείται σε ποτήρι χωρίς υγρασία. Το διήθημα πρέπει να είναι τελείως διαυγές.

Στην περίπτωση που δεν πραγματοποιείται η ανάλυση, το ποτήρι συλλογής πωματίζεται.

Ο προσδιορισμός των θειικών ιόντων πραγματοποιείται σε ένα μέρος του διηθήματος δια καταβυθίσεως αυτών υπό τη μορφή θειϊκού βαρίου σύμφωνα με τη μέθοδο 8.9.

Μέθοδος 8.3.

Εκχύλιση των υδατοδιαλυτών μορφών ασβεστίου, μαγνησίου, νατρίου και του υδατοδιαλυτού θείου σε μορφή θειϊκών ιόντων.

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εκχύλιση των υδατοδιαλυτών μορφών νατρίου, ασβεστίου, μαγνησίου και του υδατοδιαλυτού θείου σε μορφή θειϊκών ιόντων, ώστε να γίνεται μία μόνον εκχύλιση προκειμένου να προσδιοριστεί η περιεχτικότητα καθενός από τα στοιχεία αυτά στα λιπάσματα.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ του Συμβουλίου, πρέπει να δηλώνεται το υδατοδιαλυτό νάτριο, ασβέστιο, μαγνήσιο και θείο από θειϊκά ιόντα.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Τα στοιχεία που περιέχονται σε ένα ορισμένο σύνηθες δείγμα δοκιμής διαλυτοποιούνται με βραστό νερό.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΟ

Αποσταγμένο νερό ή απιονισμένο ανάλογης καθαρότητας.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλ. μέθοδο αριθ. 1 της οδηγίας 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής της 22ας Ιουνίου 1977.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα δοκιμής

α) Λιπάσματα που δεν περιέχουν θείο ή λιπάσματα που περιέχουν ταυτόχρονα το πολύ 3% θείου (S) (=7,5%SO_3) και το πολύ 4% ασβεστίου (Ca) (=5,6% CaO):

Ζυγίζονται 5 g λιπάσματος με ακρίβεια 1mg.

β) Λιπάσματα που περιέχουν περισσότερο από 3% θείου (S) και περισσότερο από 4% ασβεστίου (Ca):

Ζυγίζονται 1 g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

Το δείγμα δοκιμής φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

7.2. Διαλυτοποίηση.

Προστίθενται 400 ml νερού. Το μίγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα.

Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα.

Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Οι πρώτες ποσότητες διηθήματος απορρίπτονται. Το διήθημα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Αν το διάλυμα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

Μέθοδος 8.4.

Εχχύλιση του υδατοδιαλυτού θείου, όταν το θείο απαντά στο λίπασμα με διάφορες μορφές.

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εχχύλιση του υδατοδιαλυτού θείου, όταν το στοιχείο αυτό απαντά στο λίπασμα με διάφορες μορφές.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ, πρέπει να δηλώνεται το υδατοδιαλυτό θείο και στα οποία το στοιχείο αυτό περιέχεται με διάφορες μορφές (θειοθειϊκά, θειώδη, θειϊκά ιόντα).

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Το θείο που περιέχεται σε ένα δείγμα δοκιμής διαλυτοποιείται με κρύο νερό και έπειτα μετατρέπεται σε θειϊκά ιόντα με οξείδωση με υπεροξείδιο του υδρογόνου σε αλκαλικό περιβάλλον.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα 1,18) και 1 όγκος νερού.

4.2. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου περιεκτικότητας κατ' ελάχιστον 30% σε NaOH (πυκνότητα :1,33).

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου συγκεντρώσεως 30% κατά βάρος.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml (Stohmann).

5.2. Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ρυθμισμένος στις 30/40 στροφές το λεπτό.

5.3. Ηλεκτρική θερμαντική εστία με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλ. μέθοδο αριθ. 1 της οδηγίας 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής της 22ας Ιουνίου 1977.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα δοκιμής

α) Λιπάσματα που περιέχουν ταυτόχρονα το πολύ 3% θείου (S) (=7,5% SO_3) και το πολύ 4% ασβεστίου (Ca) (=5,6% CaO).

Ζυγίζονται 5 g λιπάσματος με ακρίβεια 1mg.

β) Λιπάσματα που περιέχουν ταυτόχρονα περισσότερο από 3% θείου (S) και περισσότερο από 4% ασβεστίου (Ca).

Ζυγίζονται 1g λιπάσματος με ακρίβεια 1 mg.

Το δείγμα δοκιμής φέρεται σε φιάλη των 500 ml (5.1.).

7.2. Διαλυτοποίηση

Προστίθενται περίπου 400 ml νερού. Η φιάλη πωματίζεται και ανακινείται (5,2) για 30 λεπτά. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Το διάλυμα ομογενοποιείται με αναστροφές. Διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Ακολουθεί ομοιογενοποίηση. Αν το διάλυμα δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί αμέσως, ο υποδοχέας πωματίζεται.

7.3. Οξείδωση του προς ανάλυση μέρους του διαλύματος.

Λαμβάνεται μέρος του διαλύματος της εχχύλισης όχι μεγαλύτερο από 50 ml και τόσο ώστε κατά το δυνατόν να περιέχει από 20 έως 100 mg θείου, (S), που τοποθετείται σε ογκομετρική φιάλη κατάλληλης χωρητικότητας. Ο όγκος συμπληρώνεται, αν είναι απαραίτητο, μέχρι τα 50 ml με νερό. Προστίθενται 3 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (4.2) και 2 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (4.3.).

Το ποτήρι καλύπτεται με γυαλί ρολογιού και το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία (5.3.) μέχρι ήπιου βρασμού, που διατηρείται μια ώρα. Για όσο χρόνο συνεχίζεται η αντίδραση, προστίθεται διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου σε ποσότητες του 1 ml (5 ml κατ' ανώτατο όριο). Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και γο γυαλί ρολογιού αποσύρεται και εκπλύνεται μέσα στο ποτήρι. Το διάλυμα οξινίζεται με 20 ml περίπου αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1.) και ο όγκος του συμπληρώνεται με νερό μέχρι τα 300 ml περίπου.

Τα θειϊκά ιόντα προσδιορίζονται ποσοτικά στο σύνολο του διαλύματος που προκύπτει από την οξείδωση σύμφωνα με τη μέθοδο 8.9.

Μέθοδος 8.5

Εχχύλιση και ποσοτική ανάλυση του στοιχειακού θείου.

ΠΡΟΣΟΧΗ

Κατά την ανάλυση χρησιμοποιείται διθειάνθρακας (CS_2). Αυτό απαιτεί ειδικά μέτρα ασφαλείας.

Ειδικότερα:

- Διαφύλλαξη CS_2
- Εξοπλισμός για προστασία προσωπικού
- Υγιεινή χώρου εργασίας
- Προστασία από πυρκαγιές και εκρήξεις.
- Απομόνωση αντιδραστηρίων

Η εφαρμογή της μεθόδου απαιτεί εξειδικευμένο προσωπικό καθώς επίσης και αντίστοιχα κατάλληλο εξοπλισμένο εργαστήριο.

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την εχχύλιση και την ποσοτική ανάλυση του στοιχειακού θείου που περιέχουν τα λιπάσματα.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ του Συμβουλίου πρέπει να δηλώνεται το ολικό στοιχειακό θείο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά την απομάκρυνση των ευδιάλυτων ενώσεων, εχύλιση του στοιχειακού θείου με διθειάνθρακα. Σταθμική ανάλυση του εχχυλιζόμενου θείου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διθειάνθρακας

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Σφαιρική φιάλη εχχύλισης με σμυρισμένο στόμιο, των 100 ml.

5.2. Συσκευή SOXHLET με τις αντίστοιχες διηθητικές φύσιγγες.

5.3. Περιστρεφόμενος εξατμιστήρας με διάταξη κενού.

5.4. Ηλεκτρικός κλίβανος με εξαερισμό ρυθμισμένος στους 90 ± 2ºC.

5.5. Τρυβλία PETRI από πορσελάνη διαμέτρου 5 έως 7 cm, με τοιχώματα όχι υψηλότερα από 5 cm.

5.6. Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλ. μέθοδο αριθ. 1 της οδηγίας 77/535/ΕΟΚ της Επιτροπής της 22ας Ιουνίου 1977.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7. Δείγμα δοκιμής

Στη φύσιγγα της συσκευής Soxhlet (5.2.) φέρονται 5 έως 10 g. δείγματος, που έχουν ζυγιστεί με ακρίβεια 1 mg.

7.2. Εχχύλιση του θείου

Το περιεχόμενο της φύσιγγας εκπλύνεται εξαντλητικά με θερμό νερό, ώστε να απομακρυνθούν όλες οι ευδιάλυτες ενώσεις. Το σύνολο ξηραίνεται στον κλίβανο στους 90 ± 2_0 C (5.4.) τουλάχιστον μία ώρα.

Η φύσιγγα εισάγεται στη συσκευή Soxhlet (5.2.)

Προζυγίζεται (PO) η σφαιρική φιάλη της συσκευής (5.1.) και φέρονται σ' αυτήν 50 ml διθειάνθρακα (4.1.) αφού προηγουμένως προστεθούν μερικά γυάλινα σφαιρίδια. Μετά τη σύνδεση με τη συσκευή, το στοιχειακό θείο εχχυλίζεται για 6 ώρες. Η θέρμανση διακόπτεται και, αφού το σύνολο ψυχθεί, αποσυνδέεται η σφαιρική φιάλη από τη συσκευή. Η φιάλη προσαρμόζεται στον περιστρεφόμενο εξατμιστήρα (5.3.). Η εξάτμιση σταματά όταν το περιεχόμενο της σφαιρικής φιάλης στερεοποιηθεί σε σπογγώγη μάζα.

Η φιάλη ξηραίνεται στον κλίβανο 90 ± 2ºC (5.4.) μέχρι σταθερού βάρους (P1). Γενικά αρκεί μία ώρα.

7.3. Προσδιορισμός της καθαρότητας του εχχυλιζόμενου θείου.

Είναι δυνατόν, ταυτόχρονα με το στοιχειακό θείο, να εχχυλιστούν με το διθειάνθρακα και ορισμένες άλλες ουσίες. Για να προσδιοριστεί η αναλογία των ουσιών αυτών ακολουθείται η παρακάτω διαδικασία:

Μετά από όσο το δυνατόν μεγαλύτερη ομοιογενοποίηση του περιεχομένου της σφαιρικής φιάλης, λαμβάνονται από αυτό 2 έως 3 g ουσίας, που ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg (n). Φέρονται σε τριβλίο Petri (5.5.). Το σύνολο ζυγίζεται (P_2) και τοποθετείται πάνω στη θερμαντική εστία, που έχει ρυθμιστεί με τρόπο ώστε η θερμοκρασία να μην υπερβαίνει τους 220 ºC για να μην γίνει καύση του θείου. Η εξάχνωση συνεχίζεται για 3 έως 4 ώρες μέχρι σταθερού βάρους (P3).

ΣΗΜΕΙΩΣΗ: Για ορισμένα λιπάσματα μπορεί να μην ενδιαφέρει ο βαθμός καθαρότητας του θείου. Στην περίπτωση αυτή η εργασία τερματίζεται στο τέλος του σημείου 7.2.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΟΥ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΟΣ

Η εκατοστιαία αναλογία στοιχειακού θείου (S·) είναι ίση με:

$$\% \text{ ακάθαρτου S· στο λίπασμα} = \frac{P1-P0}{m} \times 100$$

$$\text{Καθαρότητα του εχυλιζόμενου θείου } \% = \frac{P2-P3}{n} \times 100$$

$$\% \text{ καθαρού S· στο λίπασμα} = \frac{(P1-P0)(P2-P3)}{m \times n} \times 100$$

όπου m είναι η μάζα του δείγματος δοκιμής του λιπάσματος σε g

PO είναι η μάζα της σφαιρικής φιάλης της συσκευής Soxhlet σε g.

P1 είναι η μάζα της σφαιρικής φιάλης Soxhlet μαζί με το ακάθαρτο θείο μετά την ξήρανση.

n είναι η μάζα του ακάθαρτου θείου που υπαβάλλεται σε καθαρισμό σε g.

P2 είναι η μάζα τριβλίο PETRI + δείγμα δοκιμής που χρησιμοποιείται στο σημείο 7.3, εκφρασμένη σε g.

P3 είναι η μάζα του τριβλίου PETRI μετά την εξάχνωση του θείου σε g.

Μέθοδος 8.6.

Ποσοτική ανάλυση του εκχυλιζόμενου ασβεστίου με μαγγανομετρία μετά από καταβύθιση με τη μορφή του οξαλικού άλατος

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για τον προσδιορισμό του ασβεστίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ; για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ του Συμβουλίου, πρέπει να δηλώνεται το ολικό ή/και το υδατοδιαλυτό ασβέστιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Καταβύθιση του ασβεστίου που περιέχει ένα μέρος του διαλύματος της εκχύλισης με τη μορφή του οξαλικού άλατος. Μετά το διαχωρισμό και τη διαλυτοποίηση του άλατος αυτού, ακολουθεί ογκομέτρηση του οξαλικού οξέος με υπερμαγγανικό υλικό.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα: 1,18) και 1 όγκος νερού.

4.2. Αραιό θειϊκό οξύ 1:10

1. όγκος θειϊκού οξέος (πυκνότητα: 1,84) σε 10 όγκους νερού.

4.3. Διάλυμα αμμωνίας 1:1

1 όγκος αμμωνίας (πυκνότητα: 0,88) αραιωμένος σε 1 όγκο νερού.

4.4. Κορεσμένο διάλυμα οξαλικού αμμωνίου ($(NH_4)_2C_2O_4H_2O$) στη θερμοκρασία του εργαστηρίου (της τάξεως των 40 g/l).

4.5. Διάλυμα κιτρικού οξέος 30% (m/v)

4.6. Διάλυμα χλωριούχου αμμωνίου 5% (m/v)

4.7. Διάλυμα κυανού της βρωμοθυμόλης 0,1% (m/v) σε αιθανόλη 95%

4.8. Διάλυμα πράσινου της βρωμοκρεσόλης 0,04% (m/v) σε αιθανόλη 95%

4.9. Τιτλοδοτημένο διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου 0,02 Μ.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Χωνευτήριο διήθησης από φρυγμένο γυαλί πορώδους 5 έως 20μ.

5.2. Υδατόλουτρο

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΠΡΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗ ΜΕΡΟΥΣ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ

Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας λαμβάνεται μέρος του διαλύματος της εκχύλισης, που έχει ληφθεί με μια από τις μεθόδους 8.1 ή 8.3, ώστε να περιέχει από 15 έως 50 mg CA (= 21 εώς 70 mg CaO). Έστω V_2 ο όγκος του μέρους αυτού.

Η ποσότητα αυτή φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Το διάλυμα εξουδετερώνεται, αν χρειάζεται (αλλαγή χρώματος του δείκτη 4.7 από κίτρινο σε κυανούν), με μερικές σταγόνες διαλύματος αμμωνίας (4.3). Προστίθενται 1 ml διαλύματος κιτρικού οξέος (4.5) και 5 ml διαλύματος αμμωνίου (4.6).

7. ΚΑΤΑΒΥΘΙΣΗ ΤΟΥ ΟΞΑΛΙΚΟΥ ΑΣΒΕΣΤΙΟΥ

Προστίθενται περίπου 100 ml νερού. Το μίγμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, προστίθενται 8-10 σταγόνες από το διάλυμα του δείκτη (4.8) και, κατά σταγόνες, 50 ml θερμού διαλύματος οξαλικού αμμωνίου (4.4.). Αν σχηματιστεί ίζημα, διαλυτοποιείται με την προσθήκη μερικών σταγόνων υδροχλωρικού οξέος (4.1). Το σύνολο εξουδετερώνεται πολύ αργά με το διάλυμα αμμωνίας (4.3.), με συνεχή ανάδευση, μέχρι να επιτευχθεί pH μεταξύ 4.4 και 4.6 (αλλαγή χρώματος του δείκτη 4.8 από πράσινο σε κυανούν). Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται σε ατμόλουτρο (5.2) και παραμένει εκεί για 30 λεπτά. Το ποτήρι ζέσεως απομακρύνεται από το ατμόλουτρο, αφήνεται σε ηρεμία μια ώρα και ακολουθεί διήθηση στο χωνευτήριο (5.1).

8. ΟΓΚΟΜΕΤΡΗΣΗ ΤΩΝ ΟΞΑΛΙΚΩΝ ΙΟΝΤΩΝ ΤΟΥ ΙΖΗΜΑΤΟΣ

Το ποτήρι ζέσεως και το χωνευτήριο εκπλύνονται μέχρι να απομακρυνθεί εντελώς η περίσσεια οξαλικού αμμωνίου (αυτό μπορεί να εξακριβωθεί από την απουσία χλωριόντων στο νερό έκπλυσης). Το χωνευτήριο τοποθετείται μέσα στο ποτήρι ζέσεως των 400 ml και ο ίζημα διαλύεται με 50 ml θερμού θειϊκού οξέος (4.2). Ο όγκος του υγρού που περιέχει το ποτήρι συμπληρώνεται με νερό, ώστε να ληφθούν περίου 100 ml. Το διάλυμα φέρεται σε θερμοκρασία 70 έως 80_0 C και ογκομετρείται κατά σταγόνες με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου (4.9), ώσπου ο ροζ χρωματισμός να διαρκεί ένα λεπτό. Έστω n ο όγκος που καταναλώνεται.

9. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η περιεχτικότητα του λιπάσματος σε ασβέστιο (Ca) είναι ίση με:

$$Ca\% = n.0,2004 \times \frac{t}{0,02} \times \frac{V1}{V2 \times m}$$

όπου n είναι τα ml διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου που καταναλώθηκαν

m είναι η μάζα του δείγματος δοκιμής σε γραμμάρια

V2 είναι ο όγκος του μέρους του διαλύματος σε ml

V1 είναι ο όγκος του διαλύματος της εκχύλισης σε ml

t είναι η μοριακότητα του διαλύματος υπερμαγγανικού καλίου σε γραμμομόρια ανά λίτρο

CaO% = Ca % × 1,400.

Μέθοδος 8.7.

Ποσοτική ανάλυση του μαγνησίου με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του μαγνησίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 8.1 και 8.3 από λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία προβλέπεται ότι πρέπει να δηλώνεται το ολικό ή και το υδατοδιαλυτό μαγνήσιο, με εξαίρεση τα λιπάσματα που αναφέρονται στην οδηγία για τα δευτερεύοντα στοιχεία (89/284/ΕΟΚ ως ακολούθως: τύπου 4 (κηζερίτης) -τύπου 5 (θειϊκό μαγνήσιο) - τύπου 7 (κηζερίτης με θειϊκό κάλιο), στα οποία εφαρμόζεται η μέθοδος 8.8.

Η παρούσα μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί σε όλα τα εκχυλίσματα λιπασμάτων που περιέχουν στοιχεία σε ποσότητα τόση, ώστε να υπάρχει κίνδυνος να έχουν παρεμποδιστική δράση κατά τον συμπλοκομετρικό προσδιορισμό του μαγνησίου.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη αραίωση του εκχυλίσματος, εκτελείται προσδιορισμός του μαγνησίου με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ περίπου 1Μ.

4.2. Αραιό υδροχλωρικό οξύ περίπου 0,5Μ.

4.3. Πρότυπο διάλυμα μαγνησίου, 1,00 mg/ml Mg

4.3.1. Διαλύονται 1,013 g θειικού μαγνησίου (KgS04,7H20), σε διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5Μ (4.2) και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με το ίδιο οξύ.

ή:

4.3.2. Ζυγίζονται 1,658g οξειδίου του μαγνησίου (Mg0), που έχει προηγουμένως πυρωθεί για να απαλλαγεί από κάθε ίχνος επαναπρόσληψης CO_2. Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως μαζί με 100 ml νερού και 120 ml υδροχλωρικού οξέος 1Μ (4.1). Μετά τη διάλυση, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml. ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση με αναστροφές.

ή

4.3.3. Πρότυπο διάλυμα εμπορίου. Για τον έλεγχο του προτύπου διαλύματος εμπορίου αρμόδιο είναι το εργαστήριο.

4.4. Διάλυμα χλωριούχου στροντίου

Διαλύονται 75g χλωριούχου στροντίου ($SrCl_2,6H_0$) στο διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.2) και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 500 ml με το ίδιο διάλυμα οξέος.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο για ατομική απορρόφηση, εφοδιασμένο με λυχνία μαγνησίου και ρυθμισμένο στα 285,2 nm. Φλόγα ακετυλενίου - αέρα.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Βλέπε μεθόδους 8.1. και 8.3.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Αν το λίπασμα έχει δηλωμένη περιεχτικότητα σε μαγνήσιο (Mg) μεγαλύτερη από 6% (= 10% MgO), λαμβάνονται 25ml V_1) από το διάλυμα της εκχύλισης (6).

Φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 100ml, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το μίγμα ομοιογενοποιείται. Ο συντελεστής αραίωσης είναι $D1=100N_1$.

7.2. Λαμβάνονται με σιφώνιο 10 ml από το διάλυμα της εκχύλισης (6) ή από το διάλυμα (7.1.). Φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5Μ (4.2) και ακολουθεί ανάδευση. Συντελεστής αραίωσης: 200/10.

7.3. Το διάλυμα αυτό (7.2) αραιώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ(4,2), ώστε να ληφθεί συγκέντρωση που να εμπίπτει στη βέλτιστη περιοχή λειτουργίας του φασματόμετρου (5.1.). Έστω V_2ο όγκος της λαμβανομένης ποσότητας στα 100 ml. Ο συντελεστής αραίωσης είναι $D2=100N_2$.

Το τελικό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10% v/v διαλύματος χλωριούχου στροντίου (4.4.).

7.4. Παρασκευή τυφλού διαλύματος:

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα ακολουθώντας όλη τη διαδικασία από την εκχύλιση (μέθοδος εκχύλισης 8.1 ή 8.3) και παραλείποντας μόνο το δείγμα δοκιμής του λιπάσματος.

7.5. Παρασκευή διαλυμάτων για την καμπύλη αναφοράς.

Με αραιώσεις του προτύπου διαλύματος (4.3) με υδροχλωρικό οξύ 0,5Μ, παρασκευάζονται τουλάχιστον 5 διαλύματα αναφοράς με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του οργάνου (5.1).

Τα διαλύματα αυτά πρέπει να περιέχουν 10% v/v διαλύματος χλωριούχου στροντίου (4.4.).

7.6. Μετρήσεις

Το φασματόμετρο (5.1) ετοιμάζεται για μετρήσεις στα 285,2 nm. Ψεκάζονται διαδοχικά τα διαλύματα αναφοράς (7.5), το διάλυμα μέτρησης (7.3) και το τυφλό διάλυμα (7.4), με έκπλυση του οργάνου με το διάλυμα, του οποίου η μέτρηση πρόκειται να ακολουθήσει. Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται τρεις φορές.

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τεταγμένη την τιμή που παρέχει το φασματόμετρο για κάθε διάλυμα αναφοράς (7.5) και τετμημένη τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις μαγνησίου εκφρασμένες σε mg/ml. Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζεται η συγκέντρωση μαγνησίου στο διάλυμα δοκιμής (7.3), έστω X_s και η συγκέντρωση στο τυφλό διάλυμα (7.4), έστω X_b.

9. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η συγκέντρωση μαγνησίου (Mg) ή οξειδίου του μαγνησίου (Mg0) στο δείγμα υπολογίζεται από τα διαλύματα αναφοράς, αφού ληφθεί υπόψη ο τυφλός προσδιορισμός.

Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα μαγνησίου (Mg) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Mg = \frac{(X_s - X_b).D_1.(200/10).D_2.500.100}{1000.1000.M}$$

όπου

X_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης όπως προκύπτει από την καμπύλη αναφοράς, σε μg/ml.

X_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος όπως προκύπτει από την καμπύλη αναφοράς, σε μg/ml.

D_1 είναι ο συντελεστής αραίωσης, εφόσον έχει γίνει η αραίωση του σημείου (7.1).

Ισούται με 4 αν έχουν ληφθεί 25ml.

Ισούται με 1 όταν η αραίωση αυτή δεν έχει πραγματοποιηθεί.

D_2 είναι ο συντελεστής αραίωσης του σημείου 7.3.

Μ είναι η μάζα του δίγματος δοκιμής στην εχχύλιση σε g..

%Mg0 = %Mg/0,6.

Μέθοδος 8.8.

Ποσοτική ανάλυση του μαγνησίου συμπλοκομετρικώς

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του μαγνησίου στα εχχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εχχυλίσματα των παρακάτω λιπασμάτων ΕΟΚ, για τα οποία προβλέπεται προσδιορισμός του ολικού ή/και του υδατοδιαλυτού μαγνησίου:

- λιπάσματα της οδηγίας 76/116/ΕΟΚ: απλά αζωτούχα λιπάσματα τύπου 1β (νιτρικό ασβέστιο και μαγνήσιο), τύπου 7 (νιτροθειικό μαγνησίο), τύπου 8 (αζωτούχα λιπάσματα με μαγνήσιο), και απλά καλιούχα λιπάσματα τύπου 2 (εμπλουτισμένα ακατέργαστα άλατα καλίου), τύπου 4 (χλωριούχο κάλιο περιέχον μαγνήσιο), τύπου 6 (θειικό κάλιο περιέχον άλατα μαγνησίου), - λιπάσματα που αναφέρονται στο παράρτημα της οδηγίας για τα δευτερεύοντα στοιχεία (89/284/ΕΟΚ).

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Διαλυτοποίηση του μαγνησίου με μια από τις μεθόδους 8.1 ή και 8.3. Πρώτη τιτλοδότηση με EDTA του Ca + Mg παρουσία μέλανος εριοχρώματος Τ. Δεύτερη τιτλοδότηση με EDTA του Ca παρουσία χαλσεΐνης ή χαλκόν - ανθρακικού οξέος. Προσδιορισμός του μαγνησίου από τη διαφορά.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1 Πρότυπο διάλυμα μαγνησίου 0,005 Μ

4.1.1. 1,232 θειικού μαγνησίου ($MoSo_4$ $7H_2O$) διαλύονται σε 0,5 Μ υδροχλωρικού οξέος (4.11) και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με το ίδιο οξύ.

4.1.2. ζυγίζονται 2,016g οξειδίου του μαγνησίου, που έχει προηγουμένως πυρωθεί για να απαλλαγεί από κάθε ίχνος επαναπρόσληψης CO_2. Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως με 100 ml νερού. Προστίθενται υπό ανάδευση 120 ml υδροχλωρικού οξέος 1Μ (4.12). Μετά τη διαλυτοποίηση του στερεού, το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και αναδεύεται.

1 ml των διαλυμάτων αυτών πρέπει να περιέχει 1,216ng Mg (=2,016 mg Mg0).

Ο έλεγχος του τίτλου αυτού του προτύπου διαλύματος είναι έργο των εργαστηρίων.

4.2. Διάλυμα EDTA 0,05 Μ

Ζυγίζονται 18,61 δισενύδρου δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος ($C_{10}H_{14}N_2$ $Na_2O_8.2H_2O$), που φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 1000 ml και διαλύονται σε 500 - 800 ml νερού. Το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και ομοιογενοποιείται. Το διάλυμα αυτό ελέγχεται με το διάλυμα (4.1.) με λήψη 20ml από το δεύτερο και τιτλοδότηση σύμφωνα με την αναλυτική τεχνική που περιγράφεται στο σημείο (8.2.).

1ml του διαλύματος EDTA πρέπει να αντιστοιχεί σε 1,216mg Mg(= 2,016 mg MgO και σε 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) (βλέπε παρατηρήσεις 10.1 και 10.6.).

4.3. Πρότυπο διάλυμα ασβεστίου 0,05 Μ

Ζυγίζονται 5,004g ξηρού ανθρακικού ασβεστίου αναλυτικής καθαριότητας.

Φέρονται σε ποτήρι ζέσεως με 100ml νερού. Προστίθενται προοδευτικά και υπό ανάδευση 120 ml υδροχλωρικού οξέος περίπου 1Ν.

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού προς εκδίωξη του διοξειδίου του.

8. ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

8.1. Κατάλληλες ποσότητες

Η λαμβανόμενη κατάλληλη ποσότητα πρέπει να περιέχει κατά το δυνατόν από 9 έως 18 mg μαγνησίου (= 15 έως 30 mg MgO).

8.2. Τιτλοδότηση παρουσία μέλανος εριοχρώματος Τ

Λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα (8.1) από το προς ανάλυση διάλυμα και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Η περίσσεια του οξέος εξουδετερώνεται σε πεχάμετρο (5.2) με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5Μ (4.12.) Το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρι τα 100 ml περίπου. Προστίθενται 5 ml από το ρυθμιστικό διάλυμα (4.9.). Το μετρούμενο pH στο πεχάμετρο πρέπει να είναι 10,5 + 0,1. Προστίθενται 2 ml από το διάλυμα κυανιούχου καλίου (4.7.) και 3 σταγόνες δείχτη μέλανος εριοχρώματος Τ (4.6.). Ακολουθεί ογκομέτρηση με διάλυμα EDTA (4.2.) υπό μετρία ανάδευση με τη βοήθεια αναδευτήρα (5.1.). (Βλέπε σημεία 10.2, 10.3, 10.4).

Έστω «β» τα ml του διαλύματος EDTA 0,05 Μ.

8.3. Τιτλοδότηση παρουσία χαλσεΐνης ή χαλκόν - ανθρακικού οξέος.

Λαμβάνεται με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του προς ανάλυση διαλύματος, ίση με εκείνη που χρησιμοποιείται για την παραπάνω τιτλοδότηση, και φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml. Η περίσσεια του οξέος εξουδετερώνεται σε πεχάμετρο με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5Μ (4.13). Το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρι τα 100 ml περίπου. Προστίθενται 10 ml διαλύματος KOH - KCN (4.8.) και ο δείχτης 4.4. ή 4.5. Ακολουθεί ογκομέτρηση με διάλυμα EDTA (4.2.) υπό μετρία ανάδευση με τη βοήθεια αναδευτήρα (5.1.). (Βλέπε σημεία 10.2, 10.3, 10.4). Έστω «α» τα ml του διαλύματος EDTA 0,05 Μ.

9. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Για τα λιπάσματα ΕΟΚ που εμπίπτουν στο πεδίο εφαρμογής της μεθόδου (5g λιπάσματος σε 500 ml εχχυλίσματος), η περιεχτικότητα του λιπάσματος είναι ίση με:

$$\%MgO \text{ στο λίπασμα:} \frac{(\beta - \alpha)X\ T}{M}$$

$$\%Mg \text{ στο λίπασμα:} \frac{(\beta - \alpha)X\ T}{M}$$

όπου

a είναι τα ml διαλύματος EDTA 0,05Μ που καταναλώθηκαν στην τιτλοδότηση παρουσία χαλσεΐνης ή χαλκόν - ανθρακικού οξέος,

b είναι τα ml διαλύματος EDTA 0,05Μ που καταναλώθηκαν στην τιτλοδότηση παρουσία μέλανος εριοχρώματος Τ

Μ είναι η μάζα του δείγματος, σε γραμμάρια, που περιέχεται στην κατάλληλη ποσότηση του προς ανάλυση διαλύματος.

Τ = 0,2016 Χ μοριακότητα του διαλύματος EDTA/0,05 (βλ. 4.2.)

Τ = 0,1216 Χ μοριακότητα του διαλύματος EDTA/0,05 (βλ. 4.2.)

10. ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ

10.1. Η στοιχειομετρική αναλογία EDTA - μετάλλου στις συμπλοκομετρικές αναλύσεις είναι πάντα 1/1. ανεξάρτητα από το σθένος του μετάλλου και παρόλο που το EDTA είναι τετρασθενές. Το διάλυμα EDTA που χρησιμοποιείται στην τιτλοδότηση και τα πρότυπα διαλύματα είναι επομένως μοριακά και όχι κανονικά.

10.2. Οι συμπλοκομετρικοί δείκτες συχνά είναι ευαίσθητοι στην επίδραση του ατμοσφαιρικού αέρα. Το χρώμα του διαλύματος μπορεί να εξασθενήσει στη διάρκεια της τιτλοδότησης. Στην περίπτωση αυτή πρέπει μα προστίθενται μία έως δύο σταγόνες δείχτη. Αυτό ισχύει χυρίως για το μέλαν εριόχρωμα καθώς και για το χαλκόν - ανρθακικό οξύ.

άνθρακα, ψύχεται, μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, ο όγκος συμπληρώνεται με νερό μέχρι τη χαραγή και ομογενοποιεί-

ται. Ελέγχεται η αντιστοιχία του διαλύματος αυτού προς το διάλυμα (4.2.) σύμφωνα με την αναλυτική τεχνική (8.3.).

1ml του διαλύματος αυτού πρέπει να περιέχει 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) και να αντιστοιχεί σε 1 ml του διαλύματος EDTA 0,05 N (4.2).

4. Δείκτης καλσεΐνη

Αναμιγνύονται με προσοχή σε ιγδίο 1 γραμμάριο καλσεΐνης με 100 γραμμάρια χλωριούχου νατρίου. Από το μίγμα αυτό χρησιμοποιούνται 0,010 g. Ο δείκτης αλλάζει χρώμα από πράσινο σε πορτοκαλί. Η τιτλοφόρηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι να ληφθεί πορτοκαλί χρώμα απαλλαγμένο από πράσινες ανταύγειες.

5. Δείκτης καλχόν - ανθρακικόν οξύ

Διαλύονται 0,40 καλχόν - ανρθακικού οξέος σε 100 ml μεθανόλης. Αυτό το διάλυμα διατηρείται μόνον για 4 εβδομάδες περίπου. Χρησιμοποιούνται 3 σταγόνες του διαλύματος αυτού. Ο δείκτης αλλάζει χρώμα από ερυθρό σε κυανούν. Η τιτλοδότηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι λήψεως χρώματος κυανού απαλλαγμένου από ερυθρές ανταύγειες.

6. Δείκτης μέλαν εριόχρωμα Τ

Διαλύονται 0,30g μέλανος εριοχρώματος Τ σε μίγμα 25 ml προπανόλης - 1 και 15 ml τριαιθανολομίνης. Αυτό το διάλυμα διατηρείται μόνον για 4 εβδομάδες περίπου. Χρησιμοποιούνται 3 σταγόνες του διαλύματος αυτού. Ο δείκτης αυτός αλλάζει χρώμα απο ερυθρό σε κυανούν και η τιτλοδότηση πρέπει να συνεχίζεται μέχρι λήψεως χρώματος καυνού απαλλαγμένου από ερυθρές ανταύγειες. Το χρώμα αλλάζει μόνο παρουσία μαγνησίου. Εάν είναι αναγκαίο, προστίθεται 1 ml του προτύπου διαλύματος (4.1.).

Σε περίπτωση ταυτόχρονης παρουσίας ασβεστίου και μαγνησίου, με το EDTA συμπλέκεται αρχικά το ασβέστιο και κατόπιν το μαγνήσιο. Στην περίπτωση αυτή, τα δύο αυτά στοιχεία τιτλοδοτούνται συνολικά.

4.7. Διάλυμα κυανιούχου καλίου.

Υδατικό διάλυμα KCN 2%. (Να μην αναρροφάται με το στόμα και βλ. παρατήρηση 10.7).

4.8. Διάλυμα υδροξειδίου του καλίου και κυανιούχου καλίου.

Διαλύονται 280g KOH και 66g KCN σε νερό, ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι το ένα λίτρο και το διάλυμα ομοιογενοποιείται.

4.9. Ρυθμιστικό διάλυμα pH 10,5.

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml διαλύονται 33g χλωριούχου αμμωνίου σε 200 ml νερού, προστίθενται 250 ml αμμωνίας, (πυκνότητα = 0,91), ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Το pH του διαλύματος αυτού ελέγχεται τακτικά.

4.10. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα 1,18) και 1 όγκος νερού.

4.11 Αραιό υδροχλωρικό οξύ περίπου 0,5 Μ

4.12 Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 1Μ

4.13 Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 5Μ

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Μαγνητικός ή μηχανικός αναδευτήρας

5.2. Πεχάμετρο

6. ΔΟΚΙΜΗ ΕΛΕΓΧΟΥ

Εκτελείται προσδιορισμός σε κατάλληλες ποσότητες των διαλυμάτων 4.1. και 4.3., ώστε η σχέση Ca/Mg να είναι περίπου ίση με εκείνη του προς ανάλυση διαλύματος. Για το σκοπό αυτό, λαμβάνεται (α) ποσότητα του προτύπου διαλύματος 4.3 και (β - α) του προτύπου διαλύματος 4.1.

(α) και (β) είναι τα ml του διαλύματος EDTA, που χρησιμοποιούνται στις δύο τιτλοδοτήσεις του προς ανάλυση διαλύματος. Ο τρόπος αυτός εργασίας είναι ορθός μόνον αν τα διαλύματα EDTA, ασβεστίου και μαγνησίου είναι ακριβώς ισοδύναμα. Σε αντίθετη περίπτωση, είναι αναγκαίο να γίνουν διορθώσεις.

7. Προετοιμασία δείγματος

Βλέπε μέθοδο 8.1 και 8.3

10.3. Τα σύμπλοκα μετάλλου - δείκτη συχνά είναι σχετικά σταθερά και η αλλαγή του χρώματος του δείκτη μπορεί να καθυστερήσει. Οι τελευταίες επομένως σταγόνες EDTA πρέπει να προστίθενται αργά και πρέπει να εξασφαλίζεται ότι δεν έχει γίνει υπέρβαση του σημείου αλλαγής χρώματος με την προσθήκη μιας σταγόνας διαλύματος μαγνησίου (4.1) ή ασβεστίου (4.3) 0,05Μ. Αυτό ισχύει ιδιαίτερα για το σύμπλοκο εριοχρώματος - μαγνησίου.

10.4. Η αλλαγή χρώματος του δείκτη δεν πρέπει να παρατηρείται από πάνω προς τα κάτω αλλά οριζόντια, διαμέσου του διαλύματος και το ποτήρι ζέσεως πρέπει να είναι τοποθετημένο πάνω σε λευκή επιφάνεια και σε καλή θέση ως προς το φώς.

Η αλλαγή χρώματος παρατηρείται επίσης εύκολα αν το ποτήρι έχει τοποθετηθεί πάνω σε πλάκα από γαλακτώδες τραχύ γυαλί, που φωτίζεται από κάτω με χαμηλό φωτισμό (λαμπτήρας των 25W.

10.5. Η εκτέλεση της ανάλυσης αυτής απαιτεί κάποια πείρα. Για εξάσκηση, μεταξύ άλλων στην παρατήρηση των αλλαγών χρώματος, χρησιμοποιούνται τα πρότυπα διαλύματα 4.1. και 4.3. Συνιστάται η διεξαγωγή των προσδιορισμών από τον ίδιο χημικό του εργαστηρίου.

10.6. Η χρησιμοποίηση διαλύματος EDTA εγγυημένου τίτλου (π.χ. Titrisol, Normex) μπορεί να απλουστεύσει τον έλεγχο της ισοδυναμίας των προτύπων διαλυμάτων 4.1. και 4.2. και 4.3.

10.7. Τα διαλύματα που περιέχουν κυανιούχο κάλιο δεν πρέπει να απορρίπτονται στην αποχέτευση, αν προηγουμένως το κυάνιο δεν έχει μετατραπεί σε αβλαβή ένωση, π.χ. με οξείδωση με υποχλωριώδες νάτριο μετά από αλκαλικοποίηση του διαλύματος.

Μέθοδος 8.9.

Ποσοτική ανάλυση των θειικών ιόντων

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος προσδιορισμού του θείου που απαντά στα εκχυλίσματα των λιπασμάτων με τη μορφή θειικών ιόντων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στην ποσοτική ανάλυση των θειικών ιόντων στα διαλύματα που προκύπτουν από τις εκχυλίσεις των μεθόδων 8.1, 8.2, 8.3 και 8.4.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Σταθμικός προσδιορισμός των θειικών ιόντων, που καταβυθίζονται ως θειικό βάριο.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιο υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα: 1,18) και 1 όγκος νερού.

4.2. Χλωριούχο βάριο $BaCL_2, 2H_2O$, υδατικό διάλυμα συγκεντρώσεως 122g/L.

4.3. Νιτρικός άργυρος, υδατικό διάλυμα συγκεντρώσεως 5g/l.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Καφές από πορσελάνη για καύση (αποτέφρωση)

5.2. Υδατόλουτρο

5.3. Πυριατήριο ρυθμισμένο στους 105^{0}C + 1^{0}C.

5.4. Ηλεκτρικός κλίβανος οξειδωτικής ατμόσφαιρας ρυθμισμένος στους 800^{0}C+50^{0}C.

6. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

6.1. Παρασκευή του διαλύματος

Με τη βοήθεια σιφωνίου, λαμβάνεται από ένα από τα διαλύματα της εκχύλισης, που αναφέρονται στην παράγραφο 2, ένα ορισμένο μέρος ώστε να περιέχει 20 έως 100 mg S, δηλαδή 50 έως 250 mg SO_3.

Η ποσότητα αυτή φέρεται σε ποτήριο ζέσεως κατάλληλης χωρητικότητας. Προστίθενται 20 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (4.1) και ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 300 ml περίπου με νερό.

6.2. Σχηματισμός του ιζήματος.

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού.

Προστίθενται κατά σταγόνες περίπου 20 ml διαλύματος χλωριούχου βαρίου (4.2), με έντονη ανατάραξη του διαλύματος που περιέχει το ποτήρι, και το μίγμα βράζεται για μερικά λεπτά.

Το ποτήρι, καλυμμένο με γυαλί ρολογιού, μεταφέρεται σε ατμόλουτρο (5.2.), όπου παραμένει μια ώρα. Αφήνεται κατόπιν σε ηρεμία εν θερμώ (στους 60^{0}C περίπου), μέχρι να διαυγαστεί το υπερκείμενο υγρό. Αποσύρεται από το ατμόλουτρο και αφήνεται να κρυώσει. Το διαυγές διάλυμα αποχύνεται σε ηθμό αργής διήθησης χωρίς τέφρα. Το ίζημα εκπλύνεται πολλές φορές με αποχύσεις με τον κατάλληλο όγκο θερμού νερού. Η έκπλυση του ιζήματος συνεχίζεται πάνω στον ηθμό μέχρι να απομακρυνθούν τελείως τα χλωριόντα. Αυτό εξακριβώνεται με το διάλυμα νιτρικού αργύρου (4.3.).

6.3. Καύση και ζύγιση του ιζήματος.

Ο ηθμός με το ίζημα τοποθετείται σε κάψα από πορσελάνη (5.1.), που έχει προζυγιστεί με ακρίβεια 0,1 mg. Ακολουθεί ξήρανση στο πυριατήριο (5.3.) και πύρωση για μισή ώρα στους 800 ^{0}C περίπου (5.4.). Το σύνολο αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα και ζυγίζεται με ακρίβεια 0.1 mg.

7. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1 mg θειϊκού βαρίου αντιστοιχεί σε 0,137 mg S ή 0,343 mg SO_3.

Η περιεκτικότητα του λιπάσματος σε % S είναι ίση με:

$$S\ \% = W.0{,}0137.\frac{V_1}{V_2 \times m}$$

$$SO_3 = S\ \% \times 2{,}5$$

όπου W είναι το βάρος του ιζήματος θειϊκού βαρίου σε mg.

v1 είναι ο όγκος του διαλύματος της εκχύλισης σε ml

v2 είναι ο όγκος του μέρους του διαλύματος σε ml

m είναι η μάζα του δείγματος δοκιμής σε γραμμάρια.

Μέθοδος 8.10

Ποσοτική ανάλυση του εκχυλιζόμενου νατρίου

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος για την ποσοτική ανάλυση του νατρίου στα εχχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ, για τα οποία, όπως προβλέπει η οδηγία 89/284/ΕΟΚ του Συμβουλίου, πρέπει να δηλώνεται το νάτριο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη αραίωση του εχχυλίσματος που λαμβάνεται με τις μεθόδους 8.1. ή/και 8.3., προσδιορίζεται η περιεκτικότητα νατρίου στο διάλυμα με φλογοφωτομετρία.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Αραιό υδροχλωρικό οξύ 1:1

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (πυκνότητα 1,18) και 1 όγκος νερού.

4.2. Νιτρικό αργίλιο $Al(NO_3)_3.9H_2O$.

4.3. Χλωριούχο καίσιο CsCl

4.4. Χλωριούχο νάτριο, άνυδρο, NaCl.

4.5. Διάλυμα χλωριούχου καισίου και νιτρικού αργιλίου:

Σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml, διαλύονται με νερό 50 g χλωριούχου καισίου (4.3.) και 250 g νιτρικού αργιλίου (4.2.). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το μίγμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

4.6. Πρότυπο διάλυμα νατρίου συγκεντρώσεως 1mg Na/ml.

Σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml διαλύονται με νερό 2,542 g χλωριούχου νατρίου (4.4.). Προστίθενται 10 ml υδροχλωρικού οξέος (4.1.). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το μίγμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φλογοφωτόμετρο που ρυθμίζεται για ακτινοβολία 589,3nm.

6. ΔΙΑΛΥΜΑΤΑ ΑΝΑΦΟΡΑΣ

6.1. Σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml φέρονται 10 ml προτύπου διαλύματος (4.6.). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το μίγμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

Συγκέντρωση του διαλύματος: 40 μg/ml Na.

6.2. Σε ογκομετρικές φιάλες των 1000 ml φέρονται 0,5,10,15,20,25 ml του ενδιάμεσου διαλύματος (6.1.). Προστίθενται 10 ml από το διάλυμα (4.5.). ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό και το μίγμα ομοιογενοποιείται με αναστροφές.

Συγκέντρωση των διαλυμάτων : 0, 2, 4, 6, 8, 10 μg/ml Na.

7. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΩΝ ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ ΜΕΤΡΗΣΗΣ

Ανάλογα με την προβλεπόμενη περιεκτικότητα νατρίου στο διάλυμα της εχχύλισης (5 g λιπάσματος σε 500 ml) που έχει ληφθεί με τη μέθοδο 8.1 ή 8.3, παρασκευάζονται αραιώσεις σύμφωνα με τον ακόλουθο πίνακα:

Na_2O:	No:	Ενδιάμεση αραίωση		Τελική αραίωση		Βαθμός αραίωσης
		Λήψη (ml) (V_2)	Αραίωση σε ml (V_3)	Λήψη (ml) (V_4)	Αραίωση σε ml	
3-5	2,2-3,7	10	50	10	100	50
5-10	3,7-7,4	10	100	10	100	100
10-20	7,4-15	10	100	5	100	200
20-38	15-28	5	100	5	100	400

Η ενδιάμεση αραίωση γίνεται με νερό. Στην τελική αραίωση προστίθενται, στην ογκομετρική φιάλη των 100 ml, 10 ml από το διάλυμα (4.5.).

Για δείγμα δοκιμής 1 g, η λήψη στην τελική αραίωση (V4) πολλαπλασιάζεται επί 5.

8. ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ

Ετοιμάζεται το φλογοφωτόμετρο (5.1.) για μετρήσεις στα 589,3 nm. Το όργανο βαθμονομείται με μέτρηση της απόκρισης για τα διαλύματα αναφοράς (6.2.). Ρυθμίζεται έπειτα η ευαισθησία του με τρόπο ώστε, όταν εισάγεται το διάλυμα αναφοράς με τη μεγαλύτερη συγκέντρωση, να χρησιμοποιείται ολόκληρη η κλίμακά του. Ακολουθεί μέτρηση της απόκρισης για το προς ανάλυση διάλυμα του δείγματος (7). Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται τρεις φορές.

9. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τεταγμένη με τις μέσες τιμές απόκρισης για κάθε διάλυμα αναφοράς και τετμημένη τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις σε μg ανά ml. Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζεται η συγκέντρωση νατρίου στο διάλυμα δοκιμής. Η ποσότητα νατρίου υπολογίζεται από τα πρότυπα διαλύματα λαμβάνοντας υπόψη τις αραιώσεις. Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε επί τοις εκατό ποσοστό του δείγματος.

Η εκατοστιαία αναλογία νατρίου (Να) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$\% \ Na = x \frac{v3}{v4} \quad \frac{v1}{v2} \quad \frac{10^{-2}}{m}$$

$$\% \ Na_2O = \% \ Na \times 1,348$$

όπου χ είναι η συγκέντρωση του διαλύματος που εισάγεται στο φλογοφωτόμετρο σε μg/ml.

v1 είναι ο όγκος του διαλύματος της εχχύλισης σε ml.

v2 είναι ο όγκος του μέρους του διαλύματος στην ενδιάμεση αραίωση σε m,l

v3 είναι ο όγκος της ενδιάμεσης αραίωσης σε ml

v4 είναι ο όγκος της του μέρους του διαλύματος, σε ml, στην τελική αραίωση (στα 100 ml)

m είναι η μάζα του δείγματος δοκιμής σε g.

Ο Πρόεδρος — Γ. Παρισάκης

Ο Γραμματέας — Χ. Χαμαλίδης

Τα Μέλη

Π. Τσουκάτος, Δ. Ταραντίλης, Π. Κυριαζής, Δ. Λαδικός, Δ. Ψωμάς.

Εγκρίνουμε την παραπάνω απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου καθώς και τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως και ορίζουμε ότι θα αρχίσει η ισχύς της από την ημέρα που θα δημοσιευθεί.

Αθήνα, 21 Δεκεμβρίου 1991

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ — **ΕΥΘ. ΧΡΙΣΤΟΔΟΥΛΟΥ**

ΥΦΥΠΟΥΡΓΟΣ ΟΙΚ/ΚΩΝ — **Γ. ΓΙΑΤΡΑΚΟΣ**

ΓΕΩΡΓΙΑΣ

Σ. ΧΑΤΖΗΓΑΚΗΣ

Αριθ. 2082412 (2)

Αναπροσαρμογή της τιμής των καταχωρουμένων στον τύπο υπηρεσιακών δημοσιεύσεων του Δημοσίου και των Ν.Π.Δ.Δ.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ
ΠΡΟΕΔΡΙΑΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΗΣ
ΕΘΝ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ & ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ

Έχοντας υπόψη:

α) Τις διατάξεις του Ν. 1558/85 «Κυβέρνηση και Κυβερνητικά Όργανα».

β) Τις διατάξεις του Ν. 1266/82 «Όργανα ασκήσεως της νομισματικής πιστωτικής και συναλλαγματικής πολιτικής και άλλες διατάξεις».

γ) Τις διατάξεις της αριθ. 318198/23.12.63 κοινής απόφασης των Υπουργών Συντονισμού, Προεδρίας της Κυβερνήσεως και Οικονομικών,

δ) Την αριθ. 64825/7.7.88 κοινή απόφαση των Υπουργών Εθνικής Οικονομίας Προεδρίας Κυβερνήσεως και Οικονομικών,

ε) Την αριθ. 115407/19.12.88 κοινή απόφαση των Υπουργών Εθνικής Οικονομίας, Προεδρίας Κυβερνήσεως και Οικονομικών,

στ) Την ανάγκη που έχει διαπιστωθεί για την αναπροσαρμογή της τιμής των υπηρεσιακών δημοσιεύσεων του Δημοσίου και των Ν.Π.Δ.Δ. που καταχωρούνται στον τύπο, αποφασίζουμε:

1. Αναπροσαρμόζουμε την τιμή των δημοσιευμάτων του Δημοσίου και Ν.Π.Δ.Δ. που καταχωρούνται στον ημερήσιο και περιοδικό τύπο και αναφέρονται σε καθαρά υπηρεσιακές ανάγκες τρέχουσας φύσης (προσλήψεις, προμήθειες κ.λπ.) ως κατωτέρω:

α) για τις δημοσιεύσεις που καταχωρούνται στον τύπο που κυκλοφορεί σε περισσότερο από πέντε χιλιάδες φύλλα κατά έκδοση, από 46 δρχ. σε 60 δρχ. κατά χιλιοστόμετρο,

β) για τις δημοσιεύσεις που καταχωρούνται στον τύπο που κυκλοφορεί σε λιγότερα από πέντε χιλιάδες φύλλα κατά έκδοση, από 30 δραχμές σε 45 δρχ. κατά χιλιοστόμετρο.

γ) για τις δημοσιεύσεις που καταχωρούνται στον τύπο και επιβαρύνουν ιδιώτες (τελικοί μειοδότες κ.λπ.), σε 90 δραχμές κατά χιλιοστόμετρο.

2. Για τις δημοσιεύσεις του Δημοσίου και των Ν.Π.Δ.Δ. με εμπορικό περιεχόμενο ή τις διαφημίσεις, ισχύει το εμπορικό τιμολόγιο του τύπου που υπάρχει.

3. Κατά τα λοιπά ισχύουν οι όροι και οι διατάξεις της αναφερομένης στην παράγραφο γ' του σχετικού κοινής απόφασης.

4. Η ισχύς της αποφάσεως αυτής αρχίζει από τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 7 Δεκεμβρίου 1991

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΠΡΟΕΔΡΙΑΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΗΣ
ΣΩΤΗΡΗΣ ΚΟΥΒΕΛΑΣ

ΕΘΝ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
ΕΥΘΥΜΙΟΣ ΧΡΙΣΤΟΔΟΥΛΟΥ

ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ
ΙΩΑΝ. ΠΑΛΑΙΟΚΡΑΣΣΑΣ

Αριθ. 38001 (3)

Σύσταση ιδίου Νομικού Προσώπου στην Κοινότητα Πικερμίου Ν. Αττικής με την επωνυμία «Σχολική Επιτροπή 2θέσιου Δημοτικού Σχολείου και Νηπιαγωγείου Πικερμίου».

Ο ΝΟΜΑΡΧΗΣ ΑΝΑΤ. ΑΤΤΙΚΗΣ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις:

1. Τις διατάξεις του άρθρου 187 του 323/89 Π. Δ/τος.

2. Τις διατάξεις του άρθρου 5 του Ν. 1894/90.

3. Την 35/91 απόφαση του Κοινοτικού Συμβουλίου Πικερμίου του Νομού Αττικής, αποφασίζουμε:

1. Συνιστούμε ίδιο Νομικό Πρόσωπο με το όνομα «Σχολική Επιτροπή 2θέσιου Δημοτικού Σχολείου και Νηπιαγωγείου Πικερμίου» στην Κοινότητα Πικερμίου του Νομού Αττικής.

2. Σκοπός του Νομικού Προσώπου είναι:

- Η διαχείριση των πιστώσεων που διατίθενται για τις λειτουργικές δαπάνες καθαριότητας, θέρμανσης, φωτισμού, ύδρευσης, τηλεφώνου, αποχέτευσης, αγοράς αναλωσίμων υλικών κ.λ.π.

- Η εκτέλεση μικρών έργων για επισκευή και συντήρηση των διδακτηρίων.

- Η αποκατάσταση φθορών και ζημιών επίπλων, εξοπλισμού και γενικά των διδακτηριακών εγκαταστάσεων.

- Η φροντίδα για την εξεύρεση άλλων πόρων και ο εφοδιασμός των σχολικών μονάδων με έπιπλα και σκεύη, με βιβλία για τη σχολική βιβλιοθήκη και γενικά με όλα τα μέσα που είναι απαραίτητα για τη λειτουργία τους και γενικότερα η λήψη όλων των μέτρων που κρίνονται αναγκαία για τη στήριξη της διοικητικής λειτουργίας των σχολικών μονάδων.

3. Το Νομικό Πρόσωπο διοικείται από πεντα (5) μελές Διοικητικό Συμβούλιο αποτελούμενο από:

α) Τον εκάστοτε πρόεδρο της Κοινότητας ως πρόεδρο.

β) Έναν κοινοτικό σύμβουλο, που ορίζεται από το κοινοτικό συμβούλιο.

γ) Τον Δ/ντή του Δημ. Σχολείου.

δ) Τον εκάστοτε Διευθυντή του Νηπιαγωγείου.

ε) Ένα (1) εκπρόσωπο του συλλόγου γονέων και κηδεμόνων.

4. Η θητεία του πρώτου Δ.Σ. του Νομικού Προσώπου λήγει με τη λήξη της παρούσης δημοτικής περιόδου.

Η θητεία των μελών του Δ.Σ. ακολουθεί την κοινοτική περίοδο.

5. Πόροι του Νομικού Προσώπου είναι:

α) Η ετήσια επιχορήγηση του Δήμου ή της Κοινότητας.

β) Η ετήσια επιχορήγηση του Κράτους.

γ) Κάθε είδους εισφορές, δωρεές, κληρονομιές, κληροδοσίες.

δ) Εισπράξεις από το αντίτιμο των παρεχομένων πραγμάτων ή υπηρεσιών.

ε) Πρόσοδοι από την περιουσία του.

6. Το Νομικό Πρόσωπο εκπροσωπείται στα δικαστήρια και σε κάθε δημόσια αρχή από τον Πρόεδρο του Δ.Σ. και όταν αυτός απουσιάζει ή κωλύεται από τον Αντιπρόεδρο.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αγία Παρασκευή, 11 Δεκεμβρίου 1991

Ο Νομάρχης κ.α.α.
Ο Διευθυντής
ΑΝΔΡΕΑΣ ΠΕΓΚΑΣ

Αριθ. 26901 (4)

Σύσταση Δημοτικής Επιχείρησης Κατασκευής Τεχνικών Έργων του Δήμου Νέων Λιοσίων.

Ο ΝΟΜΑΡΧΗΣ ΔΥΤ. ΑΤΤΙΚΗΣ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις του άρθρου 260 του Π.Δ. 323/89 (ΔΚΚ).

2. Τις όμοιες του άρθρου μόνου του Π.Δ. 250/1989 (ΦΕΚ 118/Α/89) Μεταβίβαση αρμοδιοτήτων του Υπουργού Εσωτερικών στους Νομάρχες».

3. Την απόφαση του Υπουργού Εσωτερικών με αριθ. 25027/9.4.1984 (ΦΕΚ 244/Β/84.

4. Τις αποφάσεις του Δημοτικού Συμβουλίου Νέων Λιοσίων αριθ. 188/1988/5.1990 και 21/1991, αποφασίζουμε:

1. Συνιστούμε στο Δήμο Νέων Λιοσίων Αττικής Δημοτική Επιχείρηση με την επωνυμία «Δημοτική Επιχείρηση Κατασκευής Τεχνικών Έργων (ΔΕΚΤΕ) Νέων Λιοσίων Αττικής Δημοτική Επιχείρηση με την Επωνυμία «Δημοτική Επιχείρηση Κατασκευής Τεχνικών Έργων (ΔΕΚΤΕ) Νέων Λιοσίων - Αττικής» ως ίδιο Νομικό Πρόσωπο Ιδιωτικού Δικαίου, το οποίο διέπεται από τις διατάξεις των άρθρων 260 έως 267, 270, 274 και 287, του Π.Δ. 323/89 (Δημοτικός και Κοινοτικός Κώδικας).

2. Σκοπός της Επιχείρησης είναι: α) η κατασκευή αποχετευτικών έργων (ομβρίων και ακαθάρτων) β) έργα για βελτίωση ποιότητας ζωής (αναπλάσεις πεζοδρομήσεις, παιδικές χαρές, δενδροφυτεύσεις, αθλητικά πάρκα κ.α.) γ) έργα οδοποιΐας δ) Πολιτιστικά έργα και ε) κοινωνικά έργα (Κέντρο Υγείας, οικιστικά προγράμματα).

Επίσης η Επιχείρηση θα αναλαμβάνει τεχνικά και κτιριακά έργα από φορείς του Δημόσιου Τομέα με σύναψη προγραμματικών συμβάσεων με τους φορείς, αυτούς.

3. Η Επιχείρηση διοικείται από 9/μελές Διοικητικό Συμβούλιο, του οποίου τα μέλη μαζί με τους αναπληρωτές τους ορίζονται από το Δημοτικό Συμβούλιο.

Από τα μέλη του Διοικητικού Συμβουλίου επτά (7) είναι αρκετά και ένας (1) τουλάχιστον εκπρόσωπος κοινωνικού φορέα της περιοχής.

Στα μέλη του Διοικητικού Συμβουλίου προστίθεται εκπρόσωπος των εργαζομένων χωρίς τροποποίηση της συστατικής πράξης όταν η επιχείρηση απασχολεί περισσότερους από είκοσι (20) εργαζόμενους.

4. Η διάρκεια της Επιχείρησης ορίζεται σε πενήντα (50) χρόνια και αρχίζει από τη δημοσίευση της απόφασης αυτής στην Εφημερίδα της Κυβέρνησης.

5. Έδρα της Επιχείρησης ορίζεται ο Δήμος Νέων Λιοσίων του Νομού Αττικής.

6. Τα περιουσιακά στοιχεία που διαθέτει ο Δήμος στην Επιχείρηση είναι:

α) Ένα ακίνητο ιδιοκτησίας του, συνολικού εμβαδού 1.041.60 τετρ. μέτρων αξίας 14.014.728 δρχ., που βρίσκεται εντός του εγκεκριμένου ρυμοτομικού σχεδίου και στο Ο.Τ. 219Α και

β) ένα (1) εσκαπτικό - φορτωτικό μηχάνημα Γαλλικής προέλευσης, μάρκας CASE, τύπου 590 G (αριθ. πλαισίου 3931680, αριθ. κινητήρα 11380797 και αριθ., αδείας κυκλοφορίας 25973 ΙΧ/1.9.84) αξίας 4.700.000 δρχ., όπως αποτιμήθηκαν από την επιτροπή του άρθρου 9 του Ν. 2190/1920.

Επίσης ο Δήμος διαθέτει στην Επιχείρηση ποσό των 19.500.000 δρχ., ως αρχικό κεφάλαιο.

7. Πόροι της Επιχείρησης είναι τα έσοδα από την κατασκευή των έργων και γενικά από την άσκηση της δραστηριότητάς της, δάνεια, κληρονομιές, δωρεές και λοιπές επιχορηγήσεις.

8. Η επιχείρηση διαλύεται:

α) με απόφαση του δημοτικού συμβουλίου, με την απόλυτη πλειοψηφία των μελών του και απόφαση του Νομάρχη.

β) όταν λήξει χωρίς να παραταθεί η διάρκεια της Επιχείρησης και

γ) σε περίπτωσης πτώχευσης της Επιχείρησης.

Τη διάλυση της Επιχείρησης ακολουθεί η εκκαθάριση.

Εκτός από την περίπτωση της πτώχευσης η εκκαθάριση γίνεται από εκκαθαριστές που ορίζονται από το Δημοτικό Συμβούλιο.

Στην εκκαθάριση διεκπεραιώνονται οι εκκρεμείς υποθέσεις, εισπράττονται οι απαιτήσεις, ρευστοποιείται η περιουσία και πληρώνονται τα χρέη της Επιχείρησης.

Το υπόλοιπο περιέχεται στο Δήμο Νέων Λιοσιών.

9. Η συγκρότηση, η λειτουργία, οι αρμοδιότητες των οργάνων διοίκησης, η οργάνωση, η λειτουργία η διαχείριση και εποπτεία της Επιχείρησης διέπονται από τις σχετικές με τις δημοτικές επιχειρήσεις διατάξεις του Π.Δ. 323/89 και των 25027/1984 απόφαση του Υπουργού Εσωτερικών.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αιγάλεω, 19 Δεκεμβρίου 1991

Ο Νομάρχης
ΑΘ. ΜΠΟΥΡΑΣ

ΑΠΟ ΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ